

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-195073  
(43)Date of publication of application : 01.08.1995

(51)Int.Cl.

C02F 1/42  
B08B 3/10  
C02F 1/44

(21)Application number : 06-000238  
(22)Date of filing : 06.01.1994

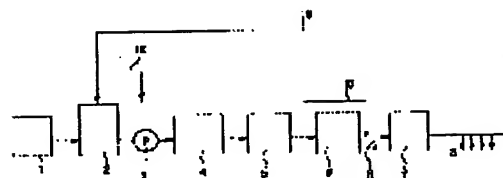
(71)Applicant : JAPAN ORGANO CO LTD  
(72)Inventor : TANABE MADOKA

## (54) METHOD FOR WASHING ULTRA-PURE WATER PRODUCING APPARATUS

(57)Abstract:

PURPOSE: To easily and efficiently wash the entire part in a circulation system for returning remaining ultra-pure water again to a pure water storage tank and to assure a sterilization effect as well by washing this circulation system with an alcohol represented by an isopropyl alcohol or an aq. soln. thereof.

CONSTITUTION: Raw water is treated with the pure water by a pretreating device 1 and is stored in an ultra-pure water storage tank 2. The stored pure water is sent to a heat exchanger 4 where the water temp. is controlled; thereafter, the water is sent to a UV oxidation device 5 where org. matter is decomposed. Further, ionic impurities are removed from the pure water in a cartridge polisher 6 and thereafter, particulates, etc., are removed by a membrane treating device 7, by which the ultra-pure water is formed. The ultra-pure water is sent to a place 8 of use and is supplied to various kinds of applications. On the other hand, the remaining ultra-pure water is returned from a return piping 9 to the pure water storage tank 2 and is circulated. In such a case, the circulation system of the ultra-pure water is washed with the alcohol represented by the isopropyl alcohol or the aq. soln. thereof.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 24.04.1998  
[Date of sending the examiner's decision of rejection]  
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]  
[Date of final disposal for application]  
[Patent number] 3231170  
[Date of registration] 14.09.2001  
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-195073

(43) 公開日 平成7年(1995)8月1日

| (51) Int. Cl. <sup>3</sup> | 識別記号 | 片内整理番号    | F I | 技術表示箇所 |
|----------------------------|------|-----------|-----|--------|
| C 0 2 F 1/42               |      | B         |     |        |
| B 0 8 B 3/10               |      | Z 2119-3B |     |        |
| C 0 2 F 1/44               |      | J 9153-4D |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-238

(22) 出願日 平成6年(1994)1月6日

(71) 出願人 000004400

オルガノ株式会社

東京都文京区本郷5丁目5番16号

(72) 発明者 田辺 円

埼玉県戸田市川岸1丁目4番9号 オルガ

ノ株式会社総合研究所内

(74) 代理人 弁理士 若林 忠

(54) 【発明の名称】 超純水製造装置の洗浄方法

(57) 【要約】

【目的】 超純水製造装置の循環系全部の洗浄を行なう。

【構成】 洗浄剤としてイソプロピルアルコール水溶液を循環系内に循環させる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 純水貯槽から供給される純水を少なくともカートリッジ・ポリッシャと膜処理装置とに通水して超純水を得、これを超純水の使用場所に送水してその使用に供すると共に、残余の超純水を再び純水貯槽に返送する循環系を構成してなる超純水製造装置の洗浄方法において、前記循環系をアルコール又はその水溶液で洗浄することを特徴とする超純水製造装置の洗浄方法。

【請求項2】 アルコールがイソプロピルアルコールである請求項1に記載の超純水製造装置の洗浄方法。

【請求項3】 循環系を洗浄する前に、予めアルコール又はその水溶液をカートリッジ・ポリッシャの入口に通液すると共に、カートリッジ・ポリッシャ出口で流出液を系外に放出する工程を有する請求項1または2に記載の超純水製造装置の洗浄方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は電子部品、医薬品等の製造に用いられる超純水の製造装置の洗浄方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、超純水は、図1にその構成の一例を示す超純水製造装置によって製造されている。即ち、図中1は前処理装置（一次純水製造装置）である。原水は前記前処理装置1で処理されて純水となり、純水貯槽2に供給され、ここに貯留される。

【0003】 前記純水貯槽2内に貯留されている純水は、ポンプ3により熱交換器4に送られ、ここで水温を調節された後、紫外線酸化装置5に送られ、ここで有機物が分解される。次いで、カートリッジ・ポリッシャ6でイオン性不純物が除去され、更に膜処理装置7で微粒子等が除去され、これにより超純水が得られるものである。得られた超純水は使用場所8に送られ、各種の用途に供されると共に、残余の超純水はリターン配管9を巡って純水貯槽2に返送される。このように、一般に超純水製造装置は純水貯槽2から使用場所8を経てリターン配管9で構成される循環系をなした構造を持っている。なお、10はカートリッジ・ポリッシャのバイパス配管、11はカートリッジ・ポリッシャブロー配管、12はリターン配管9に連結されたリターンブロー配管である。

【0004】 上述したような従来の超純水製造装置は、一般にその新規起動時や長期運転後においては、超純水製造装置の循環系内に微粒子状の不純物が多数存在し、水质を低下させるため、系内を洗浄する必要がある。従来、このような洗浄の際には、熱水または過酸化水素水が使用されていた。しかし、これらを洗浄に使用すると、以下に挙げる問題があった。まず、熱水の使用にういては、第一にカートリッジ・ポリッシャに充填されているイオン交換樹脂、特に強塩基性陰イオン交換樹脂は耐熱性に乏しいために、熱水を通水すると極くわずか

ではあるが、性能が低下することである。第二に熱水を用いた洗浄を行おうとすると、超純水製造装置は循環系内すべてを耐熱性の材料で構成しなければならず、材料の使用が制限されることである。次に、洗浄に過酸化水素を使用する場合は、熱水より高い洗浄効果を常温で達成可能なため、装置を耐熱材料で構成する必要はないが、過酸化水素水がイオン交換樹脂に極くわずかでも接触すると、酸化作用により著しく樹脂性能が低下するため、カートリッジ・ポリッシャ内に過酸化水素が絶対に混入しないように洗浄操作に慎重を要し、また、当然のことながらカートリッジ・ポリッシャを洗浄することはできなかった。

【0005】 このため、系内全体を洗浄することが困難な場合が多く、従って不十分な水質の水を余儀なく使用することになる。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明者は上記問題を解決するために種々検討をした結果、アルコール、特にイソプロピルアルコールを洗浄剤として用いると、上記問題を生じることなく、全循環系を洗浄できること、及び洗浄効果が、従来法と比較して、充分高いことを知得し、本発明を完成するに至ったもので、その目的とするところは、耐熱材料で装置を構成することを要せずにカートリッジ・ポリッシャを含めて循環系内すべてを洗浄可能な超純水製造装置の洗浄方法を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するための本発明は、純水貯槽から供給される純水を少なくともカートリッジ・ポリッシャと膜処理装置とに通水して超純水を得、これを超純水の使用場所に送水してその使用に供すると共に、残余の超純水を再び純水貯槽に返送する循環系を構成してなる超純水製造装置の洗浄方法において、前記循環系をアルコール又はその水溶液で洗浄することを特徴とする超純水製造装置の洗浄方法であり、前記アルコールがイソプロピルアルコールであること、循環系を洗浄する前に、予めアルコール又はその水溶液をカートリッジ・ポリッシャの入口に通液すると共に、カートリッジ・ポリッシャ出口で流出液を系外に放出する工程を有することを含む。

【0008】 以下、本発明を詳細に説明する。

【0009】 本発明方法は上述したように、少なくともカートリッジ・ポリッシャと、膜処理装置とを循環系に組込んだ超純水製造装置の循環系の洗浄方法であるが、ここでカートリッジ・ポリッシャは強酸性、及び強塩基性イオン交換樹脂を混合充填してカートリッジとしたもので、公知のものである。

【0010】 また、膜処理装置としては限外濾過膜装置、精密濾過膜装置、逆浸透膜装置等の公知のものである。

【0011】本発明方法で用いるアルコールとしては、例えばイソプロピルアルコール、エタノール、メタノール等の各種のアルコールを用いることができるが、特にイソプロピルアルコールが不純物含有量の少ない高純度のものが入手できる点、及び洗浄力の点で好ましいものである。

【0012】洗浄方法としては、循環系を構成する各処理装置や配管等をそれぞれ独立して通液洗浄しても良いが、一般的には循環系にアルコール（水溶液）を満たして、ポンプ3でアルコール（水溶液）を循環させることが好ましい。循環時間は特に制限はないが、一般に1時間～3時間系内を循環する時間が好ましい。

【0013】循環温度は一般に常温で良い。

【0014】また、カートリッジ・ポリッシャのように、特に汚染され易い装置の場合には、予め入口からアルコール（水溶液）を通液し、出口から流出する微粒子を含むアルコール（水溶液）を系外に放出する洗浄操作を各装置毎に行なった後、循環系全体にアルコール（水溶液）を通液して洗浄することもでき、この場合には更に洗浄効果が高いものである。

【0015】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明する。なお、特に記載のない限りは濃度は容量基準である。

【0016】（実施例1）図1に示す構成の超純水製造装置を用いて、その循環系の洗浄を行なった。洗浄工程は以下のものであった。

【0017】工程1：超純水装置を6ヶ月間運転した後、使用場所8での超純水の使用を中止し、装置を停止する。

【0018】工程2：純水貯槽2において、表1に示す各濃度になる様にイソプロピルアルコール、またはエチルアルコールを溶解する。

【0019】工程3：ポンプ3を起動し、循環系内で洗浄液を1時間循環させる。

【0020】工程4：リターンブロー配管12において洗浄液をブローすると同時に、前処理装置から純水を補給することにより、洗浄液を流出させる。

【0021】工程5：ブローを停止し、使用場所での超純水の使用を再開する。

【0022】表1に洗浄後の各ポイントにおける微粒子

数の測定結果を示した。

【0023】（比較例1）比較のために、熱水で循環系の洗浄を行なった（従来法）。

【0024】実施例1と同一装置を同一期間運転した後、以下の工程で洗浄を行なった。結果を表1に示した。

【0025】工程1：使用場所8での超純水の使用を中止する。

【0026】工程2：熱交換器4にスチームを流す。

【0027】工程3：ポンプ3を起動し、循環系内で熱水を1時間循環させる。水温は70～90℃となる様に調節する。

【0028】工程4：熱交換器へのスチームの供給を中止し、リターンブロー配管12においてブローすると同時に、前処理装置から純水を補給することにより、熱水を流出させる。

【0029】工程5：ブローを停止し、使用場所での超純水の使用を再開する。

【0030】（比較例2）比較のために、過酸化水素水を用いて循環系の洗浄を行なった（従来法）。

【0031】実施例1と同一装置を同一期間運転した後、以下の工程で洗浄を行なった。なお、過酸化水素はイオン交換樹脂を劣化させるので、過酸化水素水はバイパス管10を通してカートリッジ・ポリッシャ6をバイパスするようにした。結果を表1に示した。

【0032】工程1：使用場所8での超純水の使用を中止し、装置を停止する。

【0033】工程2：純水貯槽2において、表1に示す各濃度になる様に過酸化水素水を溶解する。

【0034】工程3：ポンプ3を起動し、循環系内で洗浄液を循環させる。カートリッジ・ポリッシャ6はバイパスする。

【0035】工程4：リターンブロー配管12においてブローすると同時に、前処理装置1から純水を補給することにより、洗浄液を流出させる。

【0036】工程5：ブローとカートリッジ・ポリッシャのバイパスを停止し、使用場所での超純水の使用を再開する。

【0037】

【表1】

表 1

| 洗浄液             | 濃 度    | 平均微粒子数 (粒径 $0.07\mu\text{m}$ 以上、個/1) |      |
|-----------------|--------|--------------------------------------|------|
|                 |        | カートリッジ・ポリッシャ出口                       | 使用場所 |
| イソプロピル<br>アルコール | 10%    | 9000                                 | 600  |
|                 | 50%    | 6300                                 | 200  |
|                 | 80%    | 5400                                 | 40   |
| エチル<br>アルコール    | 10%    | 9400                                 | 700  |
|                 | 50%    | 7100                                 | 400  |
|                 | 80%    | 6500                                 | 200  |
| 熱水 (70~90℃)     |        | 9600                                 | 1500 |
| 過酸化水素水          | 0.5wt% | 16500                                | 1000 |
|                 | 1.0wt% | 15600                                | 700  |
|                 | 3.0wt% | 17500                                | 600  |

洗浄液としてイソプロピルアルコール、またはエチルアルコールを用いた本発明の方法の場合、計測したすべてのポイントで従来の方法より優れた洗浄効果を示した。

【0038】(実施例2) 図1に示す装置を6ヶ月間運転した後、次の工程に従って循環系を洗浄した。

【0039】工程1：使用場所での超純水の使用を中止する。

【0040】工程2：ポンプ3サクション側より、10%濃度のイソプロピルアルコールをポンプ3の吐出側において表2に示す各アルコール濃度となるように吸引させ、熱交換器4および紫外線酸化装置5を経由してカートリッジ・ポリッシャ6に通液すると共に、カートリッジ・ポリッシャ6の流出液をカートリッジ・ポリッシャブロー11よりブローすることにより、先ずカートリッジ・ポリッシャ6の洗浄を行なう。

【0041】工程3：イソプロピルアルコールの吸引を中止する。

【0042】工程4：前処理装置1を停止し、純水貯槽2の水量の約1/2をカートリッジ・ポリッシャ6に通水すると共に、流出水をカートリッジ・ポリッシャブロー11にてブローする。

【0043】工程5：カートリッジ・ポリッシャブロー

を中止し、超純水を循環させながら、ふたたびポンプサクション側より、イソプロピルアルコールをポンプ3の吐出側において表2に示す各アルコール濃度となるように吸引させ、循環系全体の洗浄を行なう。

【0044】工程6：イソプロピルアルコールの吸引を停止後、前処理装置を起動して純水貯槽2への純水の供給を開始する。純水貯槽2内の純水をポンプ3によってポンプ3以降の循環系に通水すると共に、通水後の純水を純水貯槽2に戻すことなくリターンブロー配管12にてブローすることにより、循環系内よりイソプロピルアルコールを排出する。イソプロピルアルコールを排出するために純水を純水貯槽2の容量の約5倍量ブローする。

【0045】工程7：ブローを停止し、使用場所での超純水の使用を再開する。

【0046】表2に示すように、予めポンプ3からカートリッジ・ポリッシャまでを洗浄した後、全循環系を洗浄すると、実施例1よりもさらに高い洗浄効果を示した。

【0047】

〔表2〕

表 2

| 洗浄液    | 濃 度 | 平均微粒子数 (粒径 $0.07\mu\text{m}$ 以上, 個/1) |      |
|--------|-----|---------------------------------------|------|
|        |     | カートリッジ・ポリッシャ出口                        | 使用場所 |
| イソプロピル | 10% | 8100                                  | 440  |
| アルコール  | 50% | 5700                                  | 170  |
|        | 80% | 5100                                  | 36   |

【0048】

【発明の効果】本発明の方法によれば、従来のいずれの洗浄方法よりも微粒子を良好に除去できる。また、アルコールはイオン交換樹脂を劣化させないので、カートリッジ・ポリッシャを直接洗浄でき、洗浄効果が高い。更に、アルコールは装置の材質を劣化させないので、超純水装置の材質に、例えば耐熱性、耐酸化性等を要求されない。このため超純水製造装置の構成材質には制限がない。

【0049】また、アルコールには殺菌作用があるため、循環系内の殺菌も行える等の効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来の超純水製造装置の一例を示すフロー図である。

【符号の説明】

- 1 前処理装置
- 2 純水貯槽
- 3 ポンプ
- 4 熱交換器
- 5 紫外線酸化装置
- 6 カートリッジ・ポリッシャ
- 7 膜処理装置
- 8 使用場所
- 9 リターン配管

【図1】

